

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

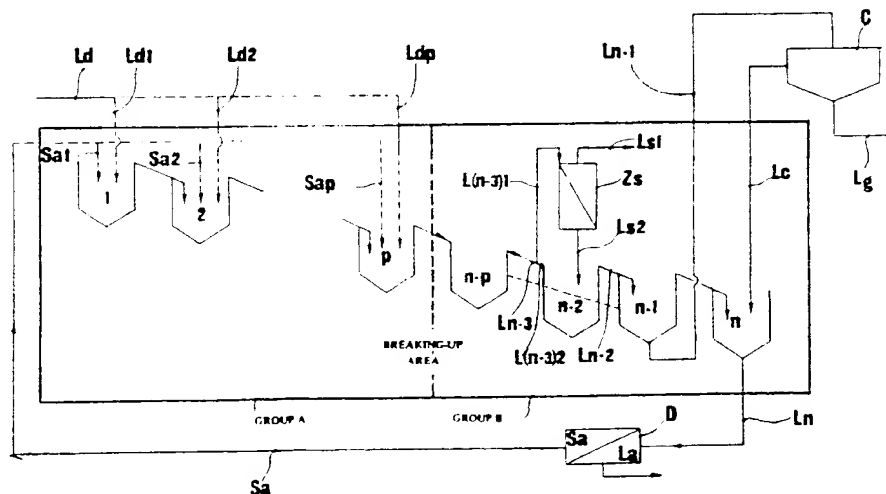
(51) Classification internationale des brevets ⁴ : C01F 7/14	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 85/ 01040 <i>E 4114642</i> (43) Date de publication internationale: 14 mars 1985 (14.03.85)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR84/00195 (22) Date de dépôt international: 4 septembre 1984 (04.09.84) (31) Numéro de la demande prioritaire: 8314294 (32) Date de priorité: 5 septembre 1983 (05.09.83) (33) Pays de priorité: FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ALUMINIUM PECHINEY [FR/FR]; 23, rue Balzac, F-75008 Paris (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): CRISTOL, Benoît [FR/FR]; Clos Pascal, Avenue Capus, F-13100 Aix-en-Provence (FR). MORDINI, Jacques [FR/FR]; Parc Mozart, 11, avenue Debussy, F-13100 Aix-en-Provence (FR).		(74) Mandataire: VANLAER, Marcel; Pêchiney, 28, rue de Bonnel, F-69433 Lyon Cedex 03 (FR). (81) Etats désignés: AU, BR, HU, JP, NO, US. Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> <i>Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.</i>

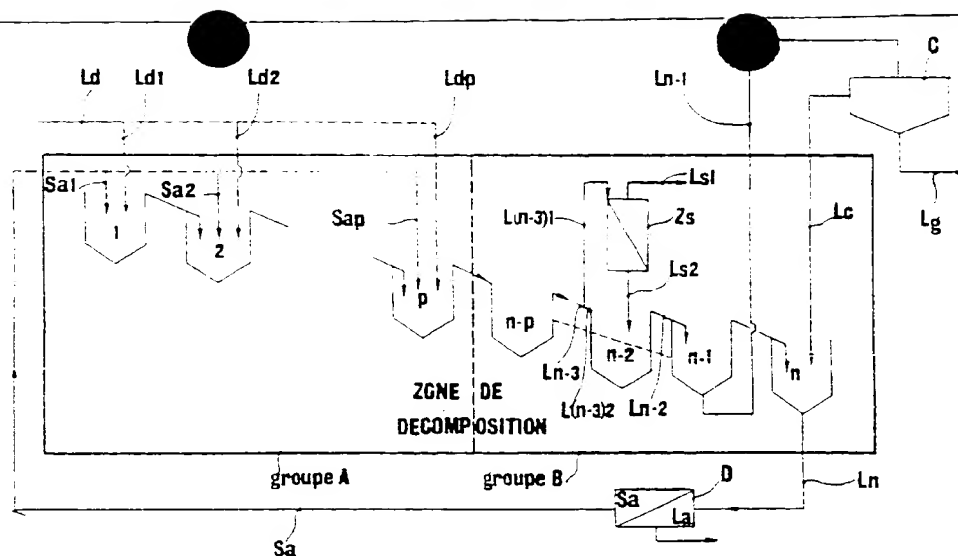
(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING ALUMINIUM TRIHYDROXYDE OF LARGE AND UNIFORM GRAIN SIZE

(54) Titre: PROCEDE DE PRODUCTION D'UN TRIHYDROXYDE D'ALUMINIUM DE GRANULOMETRIE GROSSE ET REGULIERE

(57) Abstract

Process for breaking up an Ld oversaturated alkaline aluminate solution of the BAYER process, by introducing Sa initiator by creating a suspension with a high content of dry material of at least 700 grams per litre of alkaline aluminate solution to be broken up, said process being characterized in that, in order to obtain Al(OH)₃ of large and uniform grain size, there is provided in the breaking-up area (B) with 'n' stages in cascade of the BAYER process a separation area (Zs) of particularly fine solid particles of Al(OH)₃ supplied by at least a portion L(n-3)1 of the suspension flow Ln-3 circulating in said area (B) and from which a fraction LS₁ containing at least 5% of the total number of fine particles having a diameter at the most equal to 40 microns present in the flux Ln-3, while the residual suspension LS₂ coming out of the separation area Zs is reintroduced into the area (B), whereafter the fraction LS₁ is treated by a known means to reduce by at least 50% the amount of fine particles and to recycle to the fraction in a step of the BAYER process.





UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

AT	Autriche	KR	République de Corée
AU	Australie	LI	Liechtenstein
BE	Belgique	LK	Sri Lanka
BG	Bulgarie	LU	Luxembourg
BR	Brésil	MC	Monaco
CF	République Centrafricaine	MG	Madagascar
CG	Congo	MR	Mauntanie
CH	Suisse	MW	Malawi
CM	Cameroun	NL	Pays-Bas
DE	Allemagne, République fédérale d'	NO	Norvège
DK	Danemark	RO	Roumanie
FI	Finlande	SD	Soudan
FR	France	SE	Suède
GA	Gabon	SN	Sénégal
GB	Royaume-Uni	SU	Union soviétique
HU	Hongrie	TD	Tchad
JP	Japon	TG	Togo
KP	République populaire démocratique de Corée	US	Etats-Unis d'Amérique

PROCEDE DE PRODUCTION D'UN TRIHYDROXYDE D'ALUMINIUM DE GRANULOMETRIE GROSSE ET REGULIERE.

L'invention addition à la demande de brevet 82 12412 déposée le 8 juillet 1982 concerne un procédé de précipitation de $Al(OH)_3$, à forte productivité, à partir d'une solution d'aluminate alcalin, sursaturée, obtenue selon le procédé Bayer d'attaque alcaline des bauxites, permettant d'obtenir, par introduction d'amorce, un trihydroxyde d'aluminium de granulométrie grosse et régulière, dont 10 % au plus des particules produites ont leur plus petite dimension inférieure à 45 microns.

Le procédé Bayer, largement décrit dans la littérature spécialisée, et bien connu de l'homme de l'art, constitue la technique essentielle de production de l'alumine destinée à être transformée en aluminium par électrolyse ignée. Selon ce procédé, la bauxite est traitée à chaud au moyen d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, à concentration appropriée, provoquant ainsi la solubilisation de l'alumine et l'obtention d'une solution sursaturée d'aluminate de sodium. Après séparation de la phase solide constituant le résidu inattaqué (boues rouges) du minerai, la solution sursaturée d'aluminate de sodium est généralementensemencée avec de l'hydroxyde d'aluminium désigné ci-après par l'expression "amorce" dans le but de provoquer la précipitation d'un trihydroxyde d'aluminium.

Comme cela est bien connu de l'homme de l'art, il existe plusieurs variantes industrielles de production du trihydroxyde d'aluminium par attaque alcaline Bayer des bauxites, que l'on a l'habitude de classer en deux catégories, l'une sous le nom de procédé européen, l'autre sous le nom de procédé américain.

Selon le procédé européen, la précipitation du trihydroxyde d'aluminium s'effectue au cours de l'opération dite de décomposition d'une solution aqueuse d'aluminate de sodium à haute concentration en Na_2O caustique, disposant en général de 130 à 170 grammes de Na_2O par litre de solution d'aluminate de sodium à décomposer. Il faut entendre, dans le cadre de l'expression "concentration en Na_2O caustique", la quantité totale de Na_2O exprimée en gramme par litre dans la solution d'aluminate de sodium à décomposer, se présentant sous la forme liée d'aluminate de sodium et sous la forme libre d'hydroxyde de sodium. Selon ce procédé, on introduit dans la solution d'aluminate de sodium à décomposer, une quantité géné-



ralement comprise entre 350 g/l et 600 g/l d' $\text{Al}(\text{OH})_3$ jouant le rôle d'amorce, la décomposition de la solution s'effectuant en général à une température au plus égale à 55° C. Un tel procédé conduit à une forte productivité d'alumine pouvant atteindre 80 g de Al_2O_3 par litre de la solution d'aluminate de sodium, mais le trihydroxyde d'aluminium ainsi produit est généralement de fine granulométrie et donne par calcination une alumine dont la finesse est actuellement estimée gênante pour l'électrolyse ignée.

Selon le procédé américain, la précipitation du trihydroxyde d'aluminium s'effectue par la décomposition d'une solution aqueuse d'aluminate de sodium de faible concentration en Na_2O caustique, ne dépassant pas 110 g de Na_2O par litre de solution d'aluminate de sodium à décomposer. Pour ce faire, le procédé américain consiste à introduire dans la solution d'aluminate de sodium à décomposer une quantité d' $\text{Al}(\text{OH})_3$ jouant le rôle d'amorce, quantité plus faible que dans le procédé européen, généralement comprise entre 100 g/l et 200 g/l de la solution d'aluminate à décomposer la décomposition s'effectuant par contre à une température plus élevée, telle que par exemple 70° C. Toutes ces conditions opératoires réunies conduisent à la production d'un trihydroxyde d'aluminium de plus grosse granulométrie que celle obtenue par le procédé européen, qui, après classification et calcination, donne une alumine disposant de la granulométrie actuellement souhaitée pour l'électrolyse ignée et connue sous l'appellation "Sandy Coarse". Mais, par un effet contraire, lesdites conditions opératoires provoquent une diminution de la productivité en Al_2O_3 , qui apparaît beaucoup plus faible que dans le procédé européen, se situant en général autour de 50 g d' Al_2O_3 par litre de la solution d'aluminate, dans le cas de la production d'une alumine "Sandy Coarse". Et, il est bien connu que les tentatives d'amélioration de la productivité par diminution de la température de décomposition et l'introduction, dans la solution d'aluminate de sodium à décomposer, d'une quantité plus importante d' $\text{Al}(\text{OH})_3$ jouant le rôle d'amorce, se soldent par la disparition de l'alumine à granulométrie "Sandy Coarse" et l'apparition d'une alumine à plus faible granulométrie.

Depuis longtemps, et comme l'atteste le grand nombre de publications dans ce domaine, de nombreuses tentatives ont été faites tant sur le procédé américain que sur le procédé européen pour trouver un procédé d'obtention



de trihydroxyde d'aluminium à grosse granulométrie, disposant simultanément de la productivité du procédé européen.

Un premier procédé décrit dans le brevet américain 2 657 978, dont le but est de favoriser l'augmentation de la productivité en hydroxyde d'aluminium de forte granulométrie, concerne l'introduction en deux périodes de trihydroxyde d'aluminium, jouant le rôle d'amorce, la première période consistant à introduire la seule quantité d'amorce nécessaire à l'obtention de cristaux de grosse granulométrie, tandis que, dans la deuxième période, est introduite une nouvelle quantité d'amorce. Mais, à travers les résultats qui sont énoncés, l'augmentation de la productivité apparaît très faible et, par la même, peu intéressante industriellement.

Un autre procédé, décrit dans le brevet américain 3 486 850, qui poursuit le but d'augmenter simultanément la productivité et la dimension des particules de trihydroxyde d'aluminium, précipité à partir de la liqueur d'aluminate de sodium sursaturée, consiste à introduire en continu du trihydroxyde d'aluminium jouant le rôle d'amorce dans la solution d'aluminate de sodium en circulation dans une zone de décomposition à plusieurs étages et à pratiquer un refroidissement intermédiaire entre deux étages de décomposition. Mais ce procédé se prête mal à une production de dimension industrielle en raison du domaine de température étroit dans lequel il doit évoluer et également en raison du faible gain de productivité qui résulte de sa mise en oeuvre.

Par ailleurs, poursuivant simultanément le but d'améliorer le rendement de précipitation et la granulométrie de l'hydroxyde d'aluminium produit, un autre procédé, décrit dans le brevet français 2 440 916, préconise la décomposition en deux phases de la solution d'aluminate de sodium sursaturée.

30

La première phase de décomposition consiste à introduire dans la solution d'aluminate de sodium une quantité contrôlée d'une suspension d'amorce fine, cette phase se déroulant à une température comprise entre 77° C et 66° C. Puis, la deuxième phase de décomposition traite la suspension refroidie provenant de la première phase par l'introduction d'une quantité suffisante d'amorce de plus grosse granulométrie, de telle manière que la quantité cumulée d'amorce introduite dans les deux phases représente au



moins 130 g de trihydroxyde d'aluminium par litre de solution à décomposer, cette quantité d'amorce ne dépassant pas en général 400g/l. Mais, l'amélioration que l'on peut constater à l'égard du procédé américain concerne plus l'augmentation de la productivité que l'obtention d'une
5 granulométrie réellement plus grosse, amélioration qui apparaît être la conséquence simultanée de la sursaturation de la solution d'aluminate de sodium à décomposer qui dépend de l'attaque de la bauxite et de son temps de séjour particulièrement long (de 45 à 100 heures) dans la zone de décomposition alors qu'une plus grande quantité d'amorce globalement intro-
10 duite dans cette solution ne manifeste pas une action déterminante.

Alors que le procédé décrit dans le brevet français 2 440 916 semble préconiser l'usage d'une plus grande quantité d'amorce recyclée ne dépassant pas cependant 400 g/l de solution d'aluminate de sodium à décomposer et
15 ce, dans le but d'augmenter productivité et granulométrie des particules produites, le brevet US 4 305 913 dénonce le caractère néfaste de l'usage d'une grande quantité d'amorce dans le procédé européen, allant jusqu'à exprimer que la conséquence en est la production d'un trihydroxyde d'aluminium de faible granulométrie. C'est pourquoi, ce brevet préconise un
20 autre procédé de décomposition par étapes d'une solution d'aluminate de sodium sursaturée qui comporte une première étape d'agglomération, une deuxième étape de grossissement des agglomérats et, enfin une troisième étape de production de l'amorce, ces trois étapes étant distinctes mais en relation, tandis que la température sous laquelle se déroule ce procédé est
25 comprise entre 74° C et 85° C et que la quantité d'amorce introduite est choisie entre 70 et 140 g/l de solution d'aluminate de sodium à décomposer. Mais, ce procédé n'apporte pas une solution plus favorable à l'homme de l'art puisque, tout en produisant une alumine de granulométrie apparemment favorable, il reste de faible productivité quand il est comparé
30 à un procédé européen.

Enfin, un autre procédé de production simultané de trihydroxyde d'aluminium de grosse et fine granulométrie, décrit dans le brevet japonais
82 - 11 821 propose la décomposition de la liqueur d'aluminate de sodium
35 en deux étapes successives. La première, étape de production ou de grosse granulométrie consiste à mettre en contact la totalité de la liqueur d'aluminate de sodium à décomposer à 70° C pendant 11 heures avec une



amorce constituée par des particules classées très fines de trihydroxyde d'aluminium provenant de la deuxième étape, puis à faire passer la suspension obtenue dans une zone de classification permettant d'obtenir d'une part du trihydroxyde d'aluminium de grosse granulométrie et d'autre part une suspension de particules fines conduite dans la deuxième étape. Cette deuxième étape, au cours de laquelle s'effectue la poursuite de la décomposition d'aluminate de sodium (à 65° C), comporte l'ajout d'une amorce très fine recyclée, à la suspension de particules fines provenant de la première étape, puis le passage dans une zone de classification donnant une production de particules fines et une suspension de particules très fines servant d'amorce dans les deux étapes, tandis que la phase liquide décomposée est évacuée. Un tel procédé conduit hélas, à une faible productivité de trihydroxyde d'aluminium (63,5 g d' Al_2O_3 par litre de liqueur d'aluminate à décomposer), par rapport au procédé européen et à une production majeure de particules fines de trihydroxyde d'aluminium, alors que l'électrolyse ignée de l'alumine emploie une alumine de type "Sandy-Coarse", c'est-à-dire de grosse granulométrie.

Aussi, à travers les diverses publications connues, il apparaît que de nombreux moyens ont été mis en oeuvre pour tenter d'aboutir à un procédé de décomposition de solution d'aluminate de sodium sursaturée disposant simultanément des seules qualités reconnues aux procédés américain et européen, c'est-à-dire permettant la production d'une alumine de grosse granulométrie (type Sandy Coarse) avec une forte productivité. Mais, l'homme de l'art est dans l'obligation de reconnaître que les procédés proposés fournissent des solutions incomplètes et peu satisfaisantes puisque, pour parvenir à une alumine de granulométrie acceptable, il faut en général, subir une perte de la forte productivité en alumine que l'homme de l'art ne peut plus accepter industriellement.

C'est en raison de ces inconvénients que la demanderesse, poursuivant à l'époque, ses recherches a décrit dans la demande de brevet principal n° 82 - 12412 un procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée obtenue selon le procédé Bayer d'attaque alcaline des bauxites par l'introduction au sein de ladite solution d'une quantité d'amorce encore jamais pratiquée et considérée, dans l'art antérieur, comme néfaste, procédé dont le but est d'obtenir simultanément à l'échelle industrielle, une productivité élevée en trihydroxyde



d'aluminium par l'amélioration du rendement de décomposition de l'aluminate alcalin et un trihydroxyde d'aluminium cristallisé, de grosse granulométrie, dont 10 % au plus des particules produites ont leur plus petite dimension inférieure à 45 microns.

- 5 Le procédé selon la demande principale de brevet 82 - 12412, qui consiste à mettre en contact la totalité de l'amorce utilisée avec la totalité de la solution d'aluminate alcalin sursaturée obtenue selon le procédé Bayer, se distingue par les étapes suivantes :
- a) dans la zone de décomposition du procédé Bayer comportant "n" étages
10 en cascade, on crée une suspension à haute teneur en matière sèche d'au moins 700 g/l de solution d'aluminate alcalin à décomposer dans au moins un étage par introduction d'amorce constituée par des cristaux de trihydroxyde d'aluminium de granulométrie non sélectionnée ;
- b) après un temps de séjour dans la zone de décomposition à une température maximale choisie dans l'intervalle de 50° C à 80° C jusqu'à l'ob-
15 tention d'un rapport pondéral Al_2O_3 dissoute/ Na_2O caustique au plus égal à 0,7, on prélève une fraction constituée par au plus 50 % en volume de la suspension à haute teneur en matière sèche en circulation dans la zone de décomposition ;
- 20 c) puis, après le dit prélèvement, on introduit ladite fraction dans une zone de classification dont :
- C_1 - la partie grenue séparée est extraite et constitue la production d' $Al(OH)_3$ de grosse granulométrie et
- C_2 - l'autre partie séparée, formant une suspension, est retirée de
25 la zone de classification et jointe à la fraction restante de la suspension en circulation dans la zone de décomposition qui n'a pas été soumise à la classification.
- d) on soumet la suspension résultant de l'opération effectuée en C_2 à une séparation solide-liquide, la phase solide séparée constituant
30 l'amorce de trihydroxyde d'aluminium de granulométrie, non sélectionnée, recyclée dans la zone de décomposition du procédé Bayer.

Depuis lors, la demanderesse persévérant dans ses recherches à trouvé et mis au point un procédé, perfectionnement du procédé précité, diminuant
35 le nombre de particules très fines d'hydroxyde d'aluminium en circulation dans la zone de décomposition et conduisant d'une part à une meilleure



maitrise de la granulométrie des particules grosses de trihydroxyde d'aluminium et d'autre part à une importante amélioration de productivité du dit trihydroxyde d'aluminium.

Selon l'invention, addition à la demande de brevet 82-12412, le procédé
5 de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée obtenue selon le procédé BAYER d'attaque alcaline des bauxites comportant au moins une zone de décomposition disposant de "n" étages en cascade, avec introduction d'amorce en créant une suspension à haute teneur en matière sèche d'au moins 700 grammes par litre de solution d'aluminate alcalin à
10 décomposer, se caractérise en ce que, dans le but d'obtenir un trihydroxyde d'aluminium de granulométrie grosse et régulière, dont 10 % au plus des particules produites ont leur plus petite dimension inférieure à 45 microns, on crée, dans au moins l'une des zones de décomposition du procédé BAYER comportant les "n" étages en cascade, une zone de séparation de
15 particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium, qui est alimentée par au moins une partie du flux de suspension circulant dans ladite zone de décomposition et à partir de laquelle on extrait une fraction contenant au moins 5 % du nombre total desdites fines particules de diamètre au plus égal à 40 microns présentes dans le flux circulant dans
20 la zone de décomposition, tandis que la suspension résiduelle sortant de la zone de séparation est réintroduite dans la zone de décomposition, puis en ce que on traite la fraction contenant les fines particules ainsi extraites pour diminuer d'au moins 50 % le nombre de ces fines particules présentes dans ladite fraction et la recycle après ledit traitement dans
25 une étape au moins du procédé BAYER.

Pour faciliter la description ultérieure de l'invention, il est nécessaire de rappeler que la teneur en matière sèche de la suspension créée par l'introduction de l'amorce dans la solution d'aluminate alcalin sursaturée à décomposer s'exprime en gramme de trihydroxyde d'aluminium sec par litre
30 de ladite solution, tandis que la concentration en Na_2O caustique en gramme par litre de la solution d'aluminate de sodium exprime, comme cela est bien connu, la quantité totale de Na_2O présent dans ladite solution sous la forme liée d'aluminate de sodium et sous la forme libre d'hydroxyde de sodium.



Dès lors que ces définitions sont rappelées, la description de l'invention est faite à l'aide d'un schéma général d'une installation de production du trihydroxyde d'aluminium selon l'invention et représenté par la figure 1.

5

Selon cette figure, la zone de décomposition de la solution d'aluminate de sodium comporte "n" étages de décomposition, constituée par un premier groupe (A) de "p" étages et un deuxième groupe (B) comportant (n-p) étages de décomposition de la solution d'aluminate alcalin.

10

La solution L_d d'aluminate alcalin sursaturée à décomposer peut être introduite en totalité dans l'un au moins des étages de décomposition des groupes (A) ou (B), par exemple selon L_{d1} , L_{d2} ..., L_{dp} dans le cas du groupe (A). Mais elle peut également être introduite pour une partie dans l'un au moins des étages de décomposition du groupe (A) et pour l'autre partie dans l'un au moins des étages de décomposition du groupe (B). De même, le trihydroxyde d'aluminium de granulométrie non sélectionnée, jouant le rôle d'amorce, peut être introduit en tout ou partie selon la même répartition que la solution d'aluminate, par exemple selon S_{a1} , S_{a2} ..., S_{ap} dans le cas du groupe (A).

20

Au cours de ses recherches, la demanderesse a mis en évidence qu'il était possible de créer une suspension à haute teneur en matière sèche, d'au moins 700 g/l de solution d'aluminate alcalin à décomposer, par introduction d'amorce constituée par des cristaux de trihydroxyde d'aluminium de granulométrie non sélectionnée, c'est-à-dire de granulométrie à large distribution, une telle suspension conduisant simultanément à l'obtention d'une alumine de grosse granulométrie du type "Sandy Coarse" avec une forte productivité.

30

Préférentiellement, la concentration en matière sèche de la suspension d'amorce créée dans au moins un étage de la zone de décomposition, peut être choisie entre 800 et 2000 grammes de $Al(OH)_3$ de granulométrie non sélectionnée, par litre de solution d'aluminate de sodium à décomposer.

35

Cette suspension d'amorce à haute teneur en matière sèche peut occuper préférentiellement au moins (n-1) étages de la zone de décomposition, et il peut être souhaitable que ladite suspension occupe les (n-1) der-



niers étages de la zone de décomposition. Dans ce dernier cas, le groupe (A) de la zone de décomposition est alors constitué d'un seul étage.

5 Mais il peut être intéressant que la suspension d'amorce créée, à haute teneur en matière sèche, occupe les "n" étages de décomposition. Ladite suspension est alors obtenue par l'introduction simultanée dans le premier étage de décomposition de la totalité de l'amorce et de la totalité de la solution d'aluminate alcalin à décomposer.

10 La suspension d'amorce créée, à haute teneur en matière sèche, séjourne dès sa formation, dans la zone de décomposition. Elle s'y trouve maintenue à une température maximale choisie dans l'intervalle de 50° C à 80° C pendant le temps nécessaire à l'obtention d'un rapport pondéral (Al_2O_3 dissoute) Na_2O caustique) au plus égal à 0,7. Préférentiellement, la tem-
15 pérature maximale à laquelle est soumise la suspension d'amorce dans la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle 50° C à 68° C.

Mais quand la température maximale à laquelle est soumise la suspension créée à haute teneur en matière sèche dans la zone de décomposition est
20 choisie dans l'intervalle 60° C à 80° C, dans l'un au moins des "n" étages de décomposition, il peut se révéler important de pratiquer un refroidissement forcé de ladite suspension circulant dans les n-1 autres étages de la décomposition, dès sa sortie de l'étage de décomposition concerné, de telle manière que sa température maximale après refroidis-
25 sement soit au plus de 60° C.

Selon l'invention, la zone de séparation (Z_S) d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est créée entre les étages (n-p) et (n) compris, ou encore est substituée
30 à l'un de ces étages de décomposition du groupe (B). Cette zone de séparation (Z_S) peut être alimentée par au moins une partie du flux de la suspension créée à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition, c'est-à-dire par une partie plus ou moins importante ou par la totalité dudit flux.

35

Dans le cas de la figure 1, la zone de séparation (Z_S) est alimentée selon la partie $L(n-3)_1$ du flux de suspension L_{n-3} circulant dans la zone de décomposition, tandis que l'autre partie $L(n-3)_2$ est introduite dans



l'étage de décomposition (n-2) suivant.

L'introduction dans la zone de séparation (Z_S) de tout ou partie du flux, L_{n-3} par exemple, de la suspension créée à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition, permet l'extraction par la fraction L_{S1} d'au moins 5 % du nombre total des particules fines de diamètre au plus égal à 40 microns présentes dans ce flux en circulation, tandis que la suspension résiduelle L_{S2} est réintroduite dans au moins l'un des étages de la zone de décomposition par exemple dans l'étage (n-2).

10

Dans certain cas, il peut être souhaitable d'extraire 5 % à 40 % et préférentiellement de 10 à 20 % du nombre total de fines particules de diamètre au plus égal à 40 microns présentes dans le flux circulant dans la zone de décomposition de la solution d'aluminate alcalin sursaturée.

15

Le moyen de séparation pratiqué dans la zone de séparation (Z_S) de l'invention, peut être choisi dans le groupe constitué par la décantation, le cyclonage, la filtration et la centrifugation, utilisés seuls ou en combinaison. C'est ainsi, par exemple, que peuvent être combinés deux moyens de séparation tels que décantation-cyclonage, ou décantation-filtration.

La fraction L_{S1} contenant les fines particules ainsi extraites du flux circulant dans la zone de décomposition, est soumise à un traitement de type connu pour diminuer d'au moins 50 % le nombre de ces particules fines avant d'être recyclé dans une étape au moins du procédé BAYER.

Ce traitement peut consister, éventuellement, en la dissolution au moins partielle, c'est-à-dire d'au moins 50 %, desdites particules, dissolution qui peut être réalisée, par exemple, dans l'une des étapes bien connues du procédé BAYER, telle que à l'évaporation de la solution d'aluminate alcalin décomposée et recyclée, ou encore à l'attaque du minerai, ou bien dans l'étape de détente pratiquée sur la suspension résultant de l'attaque du minerai.

35

Ce traitement peut également consister en une agglomération chimique des fines particules solides, de façon à réduire leur nombre d'au moins 50 %, ces particules agglomérées pouvant par la suite être utilisées, par

exemple, comme amorce dans l'un au moins des étages de décomposition (1) à (p) du groupe (A).

Dès lors que la suspension créée à haute teneur en matière sèche a sé-
5 journé pendant le temps nécessaire dans la zone de décomposition et qu'elle a subi pour tout ou partie dans ladite zone la séparation selon l'invention, une fraction L_{n-1} de ladite suspension constituée par au plus 50 % en volume et, de préférence, par au plus 30 % en volume, est prélevée et introduite dans une zone de classification (C) dont la partie
10 grenue L_g est extraite en constituant la production d' $Al(OH)_3$ de grosse granulométrie obtenue selon l'invention, tandis que l'autre partie L_c formant une suspension, est retirée de la zone (C) de classification et est jointe à la fraction restante de la suspension circulant dans la zone de décomposition.

15

La suspension L_n provenant de la zone de décomposition, sans passer par la zone de classification (C), est alors soumise à une séparation solide-liquide en (D), la phase liquide L_a étant envoyée vers la section suivante du procédé BAYER, tandis que la phase solide S_a constitue, selon
20 l'invention, l'amorce de trihydroxyde d'aluminium de granulométrie non sélectionnée qui est recyclée dans au moins un étage de la zone de décomposition de la solution d'aluminate alcalin sursaturée.

La phase solide S_a constituant l'amorce de granulométrie non sélectionnée
25 peut être introduite sous cette forme dans la solution d'aluminate alcalin à décomposer ou bien peut l'être sous la forme d'une suspension préalablement préparée par dispersion dans tout ou partie de la solution d'aluminate alcalin à décomposer.

30 Selon une variante, on introduit une quantité mineure de l'amorce de trihydroxyde d'aluminium dans le premier étage de la zone de décomposition, puis, la quantité restante de ladite amorce dans le deuxième étage de la décomposition.

35 En général, la quantité majeure de l'amorce du trihydroxyde d'aluminium introduite dans le deuxième étage de décomposition est au moins égale à 70 % en poids de la totalité de l'amorce recyclée.



Selon cette même variante, la solution d'aluminate alcalin à décomposer est introduite en totalité dans le premier étage de la zone de décomposition. Mais, il s'est révélé également intéressant d'introduire dans le premier étage de la zone de décomposition au moins 20 % en volume de la solution d'aluminate alcalin à décomposer tandis que le volume restant de ladite solution d'aluminate alcalin est introduite dans le deuxième étage de la zone de décomposition.

Dès lors, et selon la variante précitée, la température maximale pratiquée dans le premier étage de la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle de 65° C à 80° C tandis que la température maximale dans le deuxième étage de la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle allant de 50° C à 65° C.

Les figures 2 et 3 illustrent deux cas particuliers du procédé selon l'invention.

Selon la figure 2, la zone de séparation (Z_S) d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est créée au sein de l'étage de décomposition de rang $n-2$.

Ladite zone de séparation, est alimentée par la totalité du flux L_{n-3} de la suspension créée à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition.

La fraction L_{S1} permettant l'extraction d'au moins 5 % du nombre total des particules fines de diamètre au plus égal à 40 microns présentes dans le flux L_{n-3} en circulation est mélangée avec la phase liquide la sortant de la séparation (D), avant d'être recyclée dans une étape du procédé BAYER (non représentée).

La suspension résiduelle L_{S2} est réintroduite dans l'étage $(n-1)$ de la zone de décomposition.

Selon la figure 3, la zone de séparation $Z_{(S)}$ d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est créée entre les étages $(n-p)$ et (n) de décomposition du groupe (B) en aménageant le classificateur (C) de façon à y créer la zone de séparation $Z_{(S)}$

Cette zone de séparation $Z_{(S)}$ est alors alimentée par le flux L (n-1), fraction partielle de la suspension créée à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition.

La suspension résiduelle L_{S2} est séparée en deux flux dans la zone de classification (C), le premier flux L_g , contenant la partie grenue, constitue la production d' $Al(OH)_3$ de granulométrie grosse et régulière, tandis que l'autre flux L_c est une suspension de $Al(OH)_3$ jointe à la fraction de la suspension circulant dans la zone de décomposition, mais non soumise à la classification.

Les caractéristiques essentielles de l'invention seront mieux perçues grâce à la description de l'exemple ci-dessous :

EXEMPLE 1

On a étudié la décomposition d'une solution industrielle d'aluminate de sodium sursaturée à décomposer qui a été produite par l'attaque BAYER à 245°C d'un mélange équipondéral d'une bauxite africaine et d'une bauxite française qui avaient les compositions suivantes en pour cent en poids :

BAUXITES		
	Française	Africaine
Perte au Feu	14,4	30,0
SiO_2	7,0	1,0
Al_2O_3	51,5	58,5
Fe_2O_3	22,4	6,8
TiO_2	2,7	3,5
CaO	1,8	0,1
C organique	0,2	0,1

La solution d'aluminate de sodium sursaturée à décomposer avait la composition suivante :



	Na_2O caustique	160 g/l
	Na_2O carbonaté	22 g/l
	Al_2O_3	184 g/l
	C organique	15 g/l
5	chlore	5 g/l
	carbone oxalique	0,25 g/l

Une faible partie, à savoir 0,1 m³/h de la solution d'aluminate de sodium
était prélevée dans une installation BAYER et introduite dans une unité
10 pilote de décomposition qui était constituée par :

- a) un bac de 0,1 m³ représentant le groupe (A) dans lequel on effectuait la préparation de la suspension à haute teneur en matière sèche en mettant en présence, en continue, la totalité de l'amorce et la totalité de la solution d'aluminate alcalin à décomposer
- 15 b) d'une cascade de 6 décomposeurs constituant le groupe (B), de 1 m³ chacun, de hauteur utile 1 m, agités par deux niveaux d'hélices tripales, le premier décomposeur étant alimenté à l'aide d'une pompe à partir du bac de 0,1 m³ du groupe (A). Le transfert de la suspension du premier décomposeur au sixième décomposeur de la zone (B) était effectué au moyen de tubes plongeurs, prélevant à mi-hauteur d'un bac pour alimenter le bac suivant, et ceci de proche en proche
- 20 c) d'une zone de séparation (Z_S) formée :
 - c1 - d'une virole cylindrique ayant un diamètre de 0,33 m et une
 - 25 hauteur immergée de 0,21 m créant une zone calme, placée coaxialement dans la partie supérieure de l'avant dernier décomposeur du groupe (B) et dans la zone d'aspiration de l'agitation précitée
 - c2 - d'une pompe volumétrique extrayant de la zone de séparation
 - 30 (Z_S) le flux L_{S1} prélevé dans la partie supérieure de ladite zone
- d) d'un classificateur (C) alimenté en suspension à haute teneur en matière sèche à raison de 30 % du débit de suspension entrant dans l'avant dernier décomposeur. La sous-verse L_G constitue la
- 35 production de trihydroxyde d'aluminium de granulométrie grosse et régulière, tandis que la surverse L_C est renvoyée dans le dernier décomposeur.
- e) d'un filtre (D) à bande alimenté en suspension L_n par pompe à

partir du dernier décomposeur, le gâteau S_a du filtre constituant l'amorce recyclée dans le bac du groupe (A) destiné à la préparation de la suspension de trihydroxyde d'aluminium à haute teneur en matière sèche.

- 5 Les conditions de marche dudit pilote selon l'invention sont rassemblées dans le tableau I ci-après ainsi que celles pratiquées dans la demande de brevet principal n° 82-12412 à titre de comparaison.

TABLEAU I

		Invention	Témoin
10	<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="margin-right: 10px;"> <u>TEMPERATURES</u> </div> <div style="font-size: 3em; margin-right: 10px;">{</div> <div> <u> GROUPE A</u> Bac 0.1 m^3 <u> GROUPE B</u> Décomposeur 1 Décomposeur 2 Décomposeur 3 Décomposeur 4 Décomposeur 5 Décomposeur 6 </div> </div>	60°C	65°C
15		60°C	65°C
		59°C	64°C
		58°C	63°C
		57°C	62°C
		56°C	61°C
		55°C	60°C
20	Débit de la solution d'aluminate de sodium à décomposer : $L_d \text{ m}^3/\text{h}$	0,1	0,1
	Quantité d'amorce sèche introduite par litre d'aluminate de sodium : $S_a \text{ g/l}$	950	950
	Débit de fraction L_{S1} contenant les fines particules éliminées en m^3/h	0,012	0
25	Débit de la suspension résiduelle L_{S2} en m^3/h	0,138	0,150
	Vitesse de remontée de la suspension dans la virole formant la zone de séparation Z_S en m/h	0,15	pas de virole
	Débit d'alimentation en suspension L_{n-1} du classificateur en m^3/h	0,045	0,045
30	Débit d'une liqueur décomposée pour dilution de la suspension dans le classificateur en m^3/h	0,020	0,010
	Débit de la sous-verse L_G du classificateur en m^3/h (moyenne)	0,012	0,011
	Débit de la suspension L_C sortant du classificateur en m^3/h	0,053	0,044



Les résultats obtenus ont été rassemblés dans le tableau II ci-après :

TABLEAU II

5

	Invention	Témoin
10		
% en poids de particules de $Al(OH)_3$ de diamètre inférieur à 45 microns, présent dans :		
<u>l'amorce Sa</u>		
valeur moyenne	4	5
valeur maximale	10	20
<u>la production Lg</u>		
valeur moyenne	1,5	2
valeur maximale	5	10
15		
Productivité en Al_2O_3 en kg précipité par m ³ de la solution d'aluminate de sodium à décomposer	80	72
20		
Quantité en g/l de $Al(OH)_3$ dans LSl		
valeur moyenne	5	0
valeur maximale	8	0
25		
Perte en % en poids pour LSl de la masse totale de $Al(OH)_3$ précipitée		
moyenne	0,5	0
Diamètre à 50 % des particules fines de $Al(OH)_3$ présentes dans LSl, exprimé en micron	13	—
30		
Alumine produite en Kg/heure	7,95	7,2

Ainsi, il peut être constaté que la mise en oeuvre du procédé selon l'invention entraîne, par comparaison avec la demande de brevet principal 82 - 12412, non seulement une substantielle amélioration de la régularité granulométrique de l'alumine produite, mais encore un gain de productivité important, malgré la perte d'alumine correspondant à l'élimination de



de particules fines par L_{S1} et grâce à une possible diminution de la température de décomposition.



REVENDICATIONS

- 1°/ Procédé de décomposition, selon la première revendication de la demande de brevet 82 - 12412, d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée obtenue selon le procédé BAYER d'attaque alcaline des bauxites comportant au moins une zone de décomposition disposant de "n" étages en cascade, avec introduction d'amorce en créant une suspension à haute teneur en matière sèche d'au moins 700 grammes par litre de solution d'aluminate alcalin à décomposer, caractérisé en ce que, dans le but d'obtenir un trihydroxyde d'aluminium de granulométrie grosse et régulière, dont 10 % au plus des particules produites ont leur plus petite dimension inférieure à 45 microns, on crée, dans au moins l'une des zones de décomposition du procédé BAYER comportant les "n" étages en cascade, une zone de séparation de particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium, qui est alimentée par au moins une partie du flux de suspension circulant dans ladite zone de décomposition et à partir de laquelle on extrait une fraction contenant au moins 5 % du nombre total desdites fines particules de diamètre au plus égal à 40 microns présentes dans le flux circulant dans la zone de décomposition, tandis que la suspension résiduelle sortant de la zone de séparation est réintroduite dans la zone de décomposition, puis en ce qu'on traite la fraction contenant les fines particules ainsi extraites pour diminuer d'au moins 50 % le nombre de ces fines particules présentes dans ladite fraction et la recycle après ledit traitement dans une étape au moins du procédé BAYER.
- 2°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 1, caractérisé en ce que la suspension à haute teneur en matière sèche, créée dans au moins un étage de la zone de décomposition, a une concentration en matière sèche préférentiellement choisie entre 800 et 2000 g de $\text{Al}(\text{OH})_3$ de granulométrie non sélectionnée par litre de solution d'aluminate de sodium à décomposer.
- 3°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la suspension créée à haute teneur en matière sèche occupe préférentiellement au moins n-1 étages de décomposition.



4°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 3, caractérisé en ce que la suspension créée à haute teneur en matière sèche occupe préférentiellement au moins les n-1 derniers étages de décomposition.

5

5°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la suspension créée à haute teneur en matière sèche occupe les n étages de décomposition et est obtenue par introduction simultanée dans le premier étage de décomposition de la totalité de l'amorce recyclée et de la totalité de la solution d'aluminate alcalin à décomposer.

6°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la température maximale pratiquée dans la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle 50° C à 80° C.

7°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la température maximale pratiquée dans la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle 50° C à 68° C.

8°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la température maximale pratiquée dans la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle 60 à 80° C.

9°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée, selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'on effectue un refroidissement forcé de la suspension créée à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition.

10°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 9, caractérisé en ce que la température de la suspension à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition après refroidissement forcé est au plus de 60° C.



11°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la zone de séparation d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est créée entre les
5 étages (n-p) et (n) compris.

12°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que la zone de séparation d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est substituée à l'un
10 des étages de décomposition (n-p) et (n) compris.

13°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que la zone de séparation d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est alimentée par au
15 moins une partie du flux de la suspension créée à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition.

14°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que, lorsque la zone de séparation est alimentée par une partir du flux de la suspension circulant dans la zone de décomposition, l'autre partie de ladite suspension est introduite dans l'étage de décomposition
20 suivant.

15°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que la suspension résiduelle sortant de la zone de séparation est
30 réintroduite dans au moins l'un des étages de la zone de décomposition.

16°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisé en ce qu'on extrait 5 % à 40 % et préférentiellement de 10 % à 20 % du nombre total de fines particules de diamètre au plus égal à 40 microns présentes dans le flux circulant dans la zone de décomposition de la solution d'aluminate alcalin sursaturée.
35



17°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que le moyen de séparation pratiqué dans la zone de séparation peut être choisi dans le groupe constitué par la décantation, le cyclonage, la filtration et la centrifugation, utilisés seuls ou en combinaison.

18°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, caractérisé en ce que la fraction contenant les fines particules extraites du flux circulant dans la zone de décomposition, est soumise à un traitement de type connu pour diminuer d'au moins 50 % le nombre de ces particules fines avant d'être recyclé dans une étape au moins du procédé BAYER.

19°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 18, caractérisé en ce que le traitement pour diminuer d'au moins 50 % le nombre de particules fines consiste en leur dissolution au moins partielle dans l'un des étages du procédé BAYER choisie dans le groupe formé par l'évaporation de la solution d'aluminate alcalin décomposée et recyclée, ou encore l'attaque du minerai, ou bien l'étape de détente pratiquée sur la suspension résultant de l'attaque du minerai.

20°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 18, caractérisé en ce que le traitement pour diminuer d'au moins 50 % le nombre de particules fines consiste en une agglomération chimique des fines particules solides, ces particules agglomérées pouvant être utilisées, comme amorce dans l'un au moins des étages de décomposition (1) à (p).

21°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 20, caractérisé en ce que, dès lors que la suspension créée à haute teneur en matière sèche a séjourné pendant le temps nécessaire dans la zone de décomposition et qu'elle a subi pour tout ou partie dans la zone la séparation, une fraction de ladite suspension constituée par au plus 50 % en volume et, de préférence, par au plus 30 % en volume, est prélevée et introduite dans une zone de classification dont la partie grenue est extraite en



constituant la production d' $\text{Al}(\text{OH})_3$ de grosse granulométrie, tandis que l'autre partie formant une suspension, est retirée de la zone de classification et est jointe à la fraction restante de la suspension circulant dans la zone de décomposition.

5

22°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, caractérisé en ce que la suspension provenant de la zone de décomposition, sans passer par la zone de classification est soumise à une séparation solide-liquide, la phase liquide étant envoyée vers la section suivante du procédé BAYER, tandis que la phase solide constitue l'amorce de trihydroxyde d'aluminium de granulométrie non sélectionnée qui est recyclée dans au moins un étage de la zone de décomposition de la solution d'aluminate alcalin sursaturée.

15

23°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 22, caractérisé en ce que la phase solide constituant l'amorce, de granulométrie non sélectionnée, est introduite sous cette forme dans la solution d'aluminate alcalin à décomposer.

20

24°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 23, caractérisé en ce que la phase solide constituant l'amorce, de granulométrie non sélectionnée, est introduite sous la forme d'une suspension préalablement préparée par dispersion dans tout ou partie de la solution d'aluminate alcalin à décomposer.

25

25°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 24, caractérisé en ce qu'on crée la suspension à haute teneur en matière sèche par introduction d'une quantité majeure de l'amorce $\text{Al}(\text{OH})_3$ dans le deuxième étage de décomposition, tandis que la quantité restante de l'amorce $\text{Al}(\text{OH})_3$ est introduite dans le premier étage de décomposition.

35

26°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 25, caractérisé en ce que la quantité ma-



jeure de l'amorce $Al(OH)_3$ introduite dans le deuxième étage de décomposition est au moins égale à 70 % en poids de la totalité de l'amorce recyclée.

27°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 25, caractérisé en ce qu'on introduit la totalité de la solution d'aluminate alcalin à décomposer dans le premier étage de la zone de décomposition.

28°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 25, caractérisé en ce qu'on introduit 20 % en volume de la solution d'aluminate alcalin à décomposer dans le premier étage de la zone de décomposition tandis que le volume restant de la solution d'aluminate à décomposer est introduit dans le deuxième étage de la zone de décomposition.

29°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon la revendication 25, caractérisé en ce que la température maximale pratiquée dans le premier étage de la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle $65^{\circ} C$ à $80^{\circ} C$ et la température maximale dans le deuxième étage de la zone de décomposition est choisie dans l'intervalle $50^{\circ} C$ à $65^{\circ} C$.

30°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications 1 à 29, caractérisé en ce que la zone de séparation d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est créée au sein de l'étage de décomposition de rang $n-2$, en ce que ladite zone de séparation est alimentée par la totalité du flux de la suspension créée à haute teneur en matière sèche circulant dans la zone de décomposition, en ce que la fraction L_{S1} permettant l'extraction d'au moins 5 % du nombre total des particules fines de diamètre au plus égal à 40 microns présentes dans le flux en circulation dans la zone de décomposition est mélangée avec la phase liquide sortant de la séparation, avant d'être recyclée dans une étape du procédé BAYER et en ce que la suspension résiduelle restante est réintroduite dans l'étage $(n-1)$ de la zone de décomposition.



- 31°/ Procédé de décomposition d'une solution d'aluminate alcalin sursaturée selon l'une quelconque des revendications là 29, caractérisé en ce que la zone de séparation d'une fraction des particules solides particulièrement fines de trihydroxyde d'aluminium est créée entre les étages
- 5 (n-p) et (n) de décomposition en aménageant le classificateur de façon à y créer ladite zone de séparation.



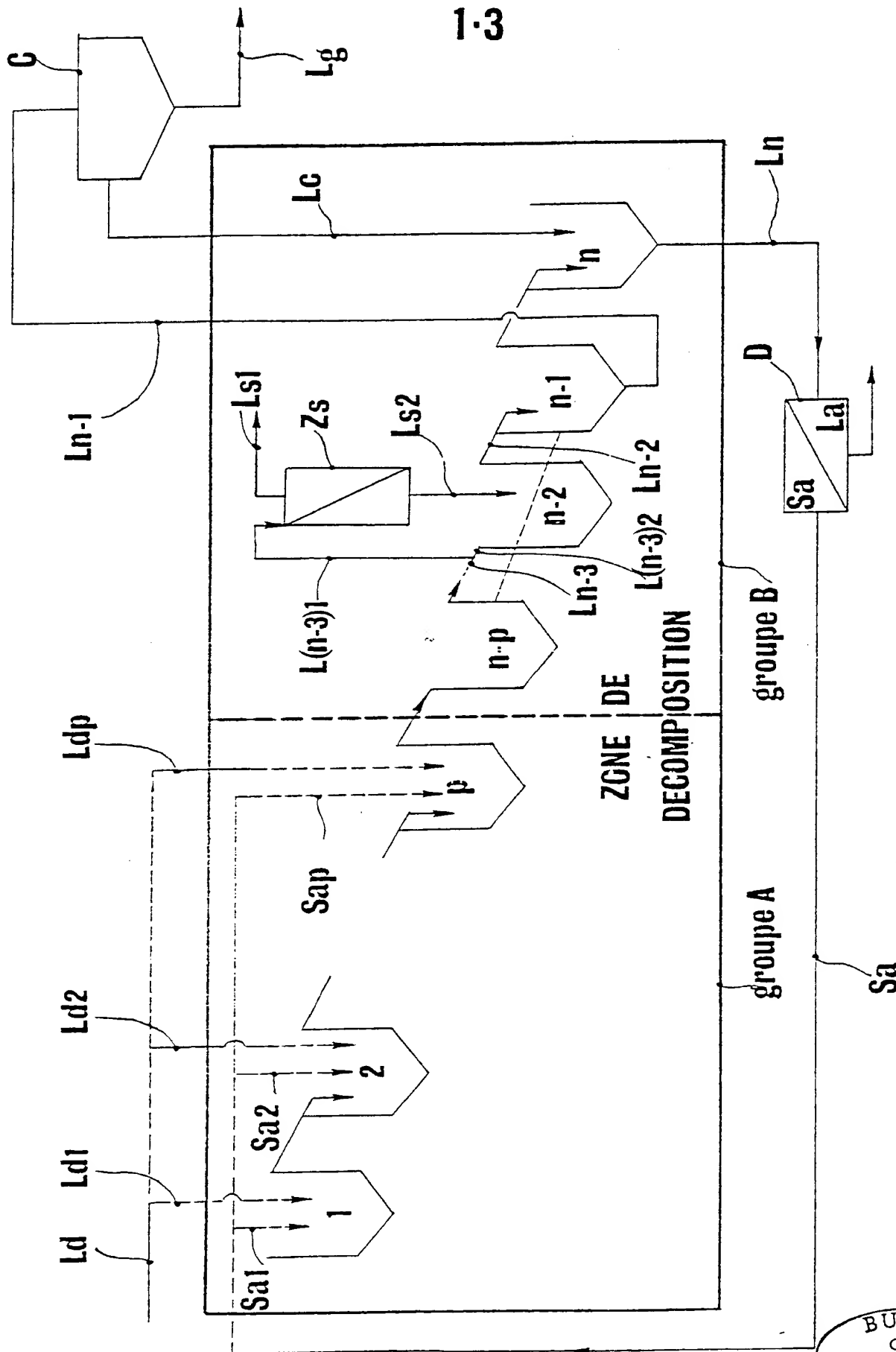


FIG. 1

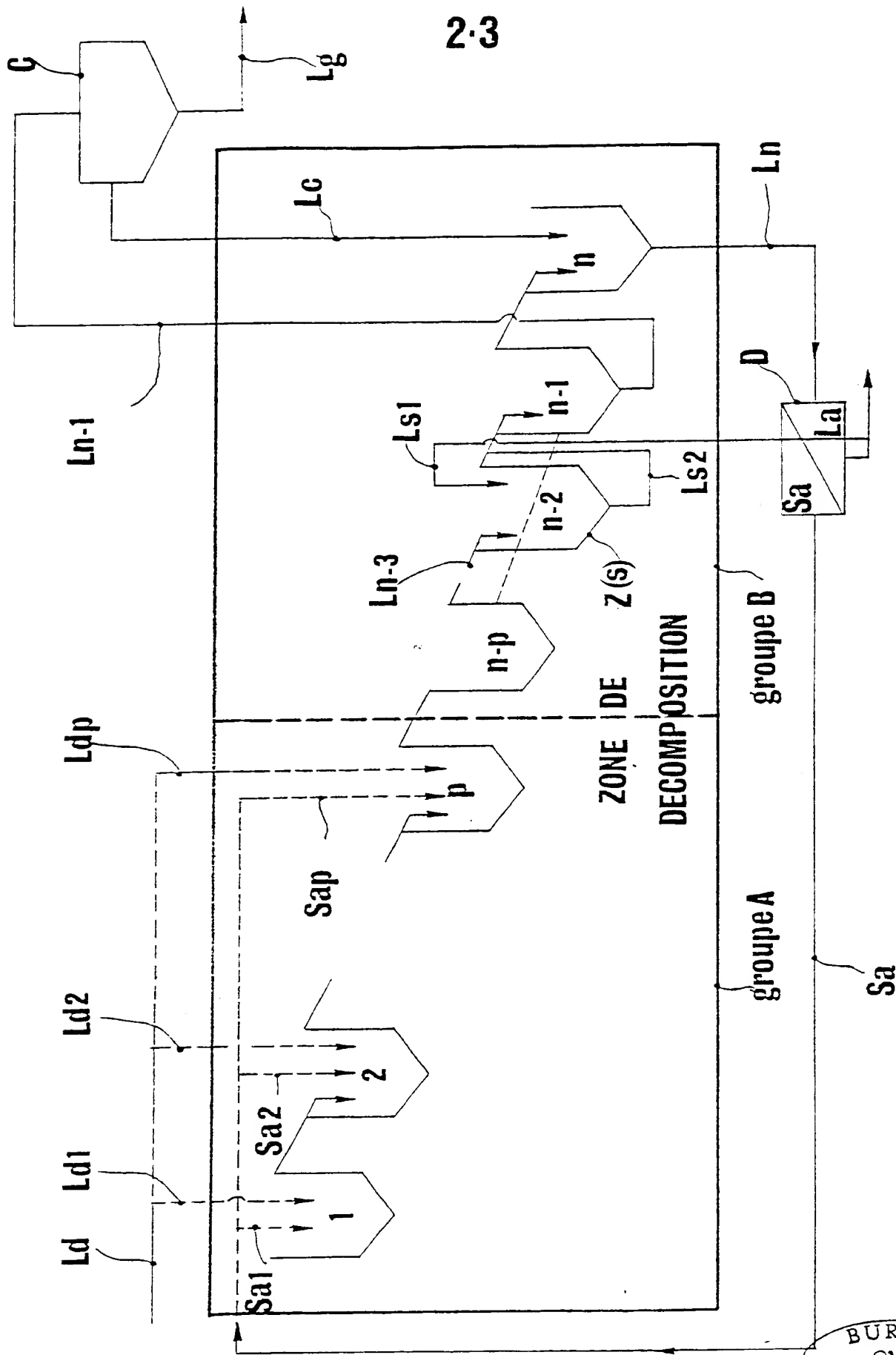


FIG. 2

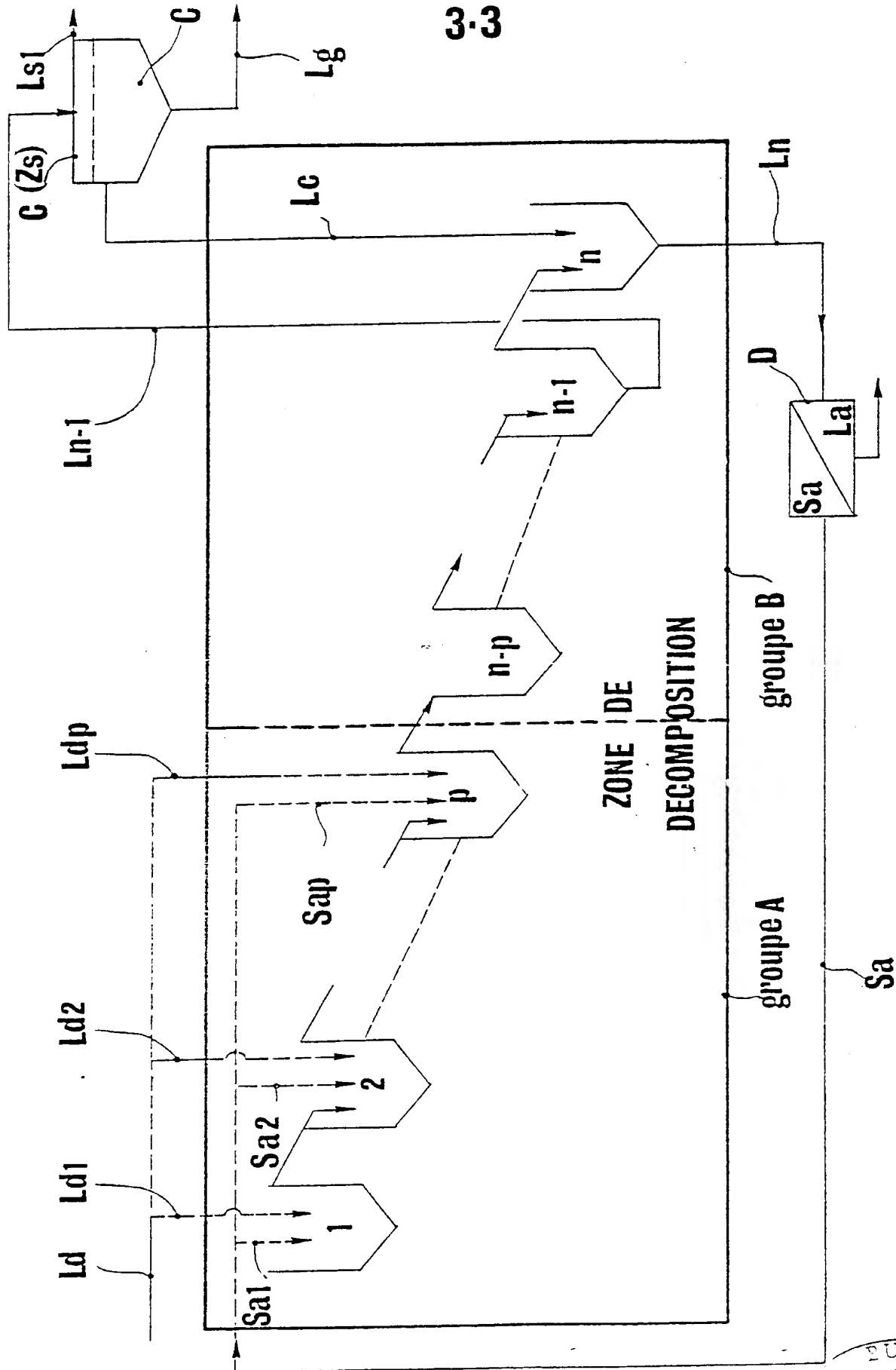
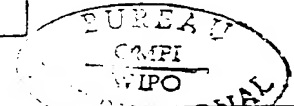


FIG.3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/FR 84/00195

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If several classification symbols apply, indicate all) ³		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int.Cl. ⁴ : C 01 F 7/14		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁴		
Classification System	Classification Symbols	
Int.Cl. ⁴	C 01 F 7/14	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁵		
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ¹⁴		
Category ⁶	Citation of Document, ¹⁵ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹⁷	Relevant to Claim No. ¹⁸
A	DE, A, 3131088 (VEREINIGTE ALUMINIUM WERKE) 24 February 1983, see page 1, abstract	1.
A	US, A, 2606820 (VIGGO HARMS) 12 August 1952, see figure 1	1
A	Chemical Abstracts, volume 78, No 12, 26 March 1973, Columbus, Ohio (US), see page 122, ref. 74256v, & SU, A, 352839 (SHILOV) 29 September 1972, see the whole abstract	1.2
<p>⁶ Special categories of cited documents: ¹⁵</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search ¹		Date of Mailing of this International Search Report ²
11 December 1984 (11.12.84)		18 February 1985 (18.02.85)
International Searching Authority ¹		Signature of Authorized Officer ¹⁰
European Patent Office		